


# Increasing drawing ratio of polyester granulate in solid phase heat treatment

<b>Publication number:</b>	DE 19519898 (A1)	<b>Also published as:</b>	
<b>Publication date:</b>	1996-12-05		DE 19519898 (B4)
<b>Inventor(s):</b>	MROSE WERNER [DE]; THIELE ULRICH DR [DE] +		
<b>Applicant(s):</b>	ZIMMER AG [DE] +		
<b>Classification:</b>			
- international:	<b>B29B13/02; C08G63/80; C08G63/88; D01F6/62; B29C55/00; B29B13/00; C08G63/00; D01F6/62; B29C55/00; (IPC1-7): B29B13/02; B29C55/00; B29K67/00; C08G63/183; C08G63/80; C08G63/88; C08J3/00; C08L67/02; D01D10/02; D01F6/62</b>		
- European:	B29B13/02; C08G63/80; C08G63/88; D01F6/62		
<b>Application number:</b>	DE 19951019898 19950531		
<b>Priority number(s):</b>	DE 19951019898 19950531		

**Abstract of DE 19519898 (A1)**

- The process comprises improving the extensibility of polyester granulate during (pt. of) thermal after-treatment in the solid phase in an inert atmos. by adding water vapour or an equimolar amt. of the alkandiol on which the polyester is based. The amt. added gives a water vapour concn. between +15% and -50% of the concn. that can be formed theoretically from the terminal COOH gps. and excess terminal OH gps. of the polyester at its final viscosity.

---

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENTAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 195 19 898 A 1**

⑳ Aktenzeichen: 195 19 898.0  
㉑ Anmeldetag: 31. 5. 95  
㉒ Offenlegungstag: 5. 12. 96

㉓ Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 08 G 63/88**  
C 08 G 63/80  
B 29 B 13/02  
D 01 D 10/02  
// C 08 J 3/00 (C 08 L  
67:02) D 01 F 6/62,  
C 08 G 63/183, B 29 C  
55/00 (B 29 K 67:00)

**DE 195 19 898 A 1**

㉔ Anmelder:  
Zimmer AG, 60388 Frankfurt, DE

㉕ Erfinder:  
Mrose, Werner, 63477 Maintal, DE; Thiele, Ulrich,  
Dr., 63486 Bruchköbel, DE

㉖ Verfahren zur Verbesserung der Streckfähigkeit von Polyester

㉗ Verfahren zur Verbesserung der Streckfähigkeit von in fester Phase in inerte Atmosphäre thermisch nachbehandeltem Polyestergranulat, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß zumindest während eines Teils der thermischen Nachbehandlung die inerte Atmosphäre in Dampfform Wasser oder eine äquimolare Menge des dem Polyester zugrunde liegenden Alkandiols enthält, wobei die Wasserdampfkonzentration gleich der Wasserkonzentration plus 15%/minus 50% ist, welche bei der Polyester-Endviskosität aus den COOH-Endgruppen und überschüssigen OH-Endgruppen des Polyesters theoretisch gebildet werden könnte.

**DE 195 19 898 A 1**

## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Streckfähigkeit von Polyestern durch thermische Nachbehandlung in fester Phase in einer Atmosphäre mit geregelter Dampfkonzentration.

5 Zur Erzielung hoher Festigkeit werden Polyester-Fasern und Polyester-Filme einer möglichst hohen Verstreckung unterworfen. Die Streckfähigkeit des Polyesters wird wesentlich durch eine enge Molekulargewichtsverteilung und eine geringe Konzentration an niedermolekularen Molekülen, wie Wasser, Ethylenglykol und Oligomere, verbessert. Die Wirkung der niedermolekularen Verbindungen beruht sowohl auf ihrer Reaktivität, z. B. Hydrolyse durch Wasser als auch auf ihrer Funktion als Weichmacher.

10 Polyester werden im Anschluß an ihre Herstellung durch Schmelzphasen-Polykondensation entweder direkt weiterverarbeitet oder vor der Verarbeitung zunächst granuliert und, je nach Verwendung, das Granulat kristallisiert und in fester Phase bei Temperaturen über 100°C einer Nachkondensation und/oder Entaldehydisierung und/oder Trocknung unterworfen. Entscheidend für diese thermische Nachbehandlung ist die Diffusion und die Reaktionsfähigkeit der niedermolekularen Verbindungen und Spaltprodukte. Aufgrund der Kern-Mantel-Struktur der Granulatkörner ist die Wirkung vom Zentrum zur Oberfläche des Granulatkorner hin unterschiedlich stark ausgeprägt. Die thermische Nachbehandlung führt folglich zu einer bei Fasern und Filmen unerwünschten Verbreiterung der Molekulargewichtsverteilung. Besonders intensiv ist dieser Effekt bei der Festphasenkondensation von Polyethylenterephthalat auf eine End-Intrinsic-Viskosität von etwa 0,90 bis 1,05 dl/g für die Verspinnung zu Reifencord.

20 Aus der Literatur ist bekannt, daß sich die Nachbildung von Oligomeren während der Verarbeitung durch Kontaktieren des Polyethylenterephthalat-Granulates nach einer Festphasenkondensation mit mindestens 500 ppm Wasser oder Wasserdampf pro kg Polyester bei etwa 50—110°C (US-Patent 5 241 046) oder bei bestimmten Copolyestern durch Einstellen eines Feuchtigkeitsgehaltes des Polyesters von 0,01 bis 1,0 Gew.-% vor der Festphasenkondensation (US-Patent 5 262 513) reduzieren läßt. Eine Verminderung des Gehaltes an flüchtigen Verbindungen, wie Acetaldehyd, soll ferner durch eine der Festphasenkondensation/Trocknung vorangestellte Behandlung des Polyesters mit Wasserdampf bei 100—245°C erzielbar sein (US-Patent 4 591 629). Es ist auch bekannt, der Festphasenkondensation eine Behandlung des Polyesters bei etwa 170—220°C mit Inertgas und 0,3—3,5 Gew.-% Alkandiol, bezogen auf Polyester, voranzustellen, wodurch eine verbesserte Polykondensationsrate erzielt werden soll (US-Patent 4 360 661). Die Gegenwart von mehr als 250 ppm Wasser oder von mehr als etwa 10 ppm Ethylenglykol im inerten Prozeßgas während der Festphasenpolykondensation führt hingegen zu einer geringeren Endviskosität des Polyethylenterephthalats (US-Patent 4 064 112). Durch Kontaktieren von Granulat aus Polyester (US-Patent 5 393 871) oder verzweigtem Polyester (US-Patent 5 393 863) mit 300—7000 vpm Wasserdampf oder Dampf einer organischen Hydroxyl-Verbindung während der Kristallisation oder der Festphasenpolykondensation oder danach läßt sich die Anzahl der Gele im Polymer vermindern, gleichzeitig erhöht sich aber die zur Erzielung einer bestimmten Viskosität erforderliche Verweilzeit ganz wesentlich.

Ein Hinweis, wie die Molekulargewichtsverteilung zwischen Mantel und Kern eines Polyestergranulatkorner vereinheitlicht werden könnte, bzw. wie die Streckfähigkeit von Polyester während einer thermischen Festphasenbehandlung verbessert werden könnte, ist keiner dieser Veröffentlichungen zu entnehmen.

40 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist daher das Auffinden eines Verfahrens, welches eine Verbesserung der Streckfähigkeit von einer thermischen Nachbehandlung, wie Festphasenpolykondensation, Entaldehydisierung und/oder Trocknung, unterworfenem Polyester, insbesondere Polyethylenterephthalat, durch Minimierung der Molekulargewichtsunterschiede zwischen Mantel- und Kernpolymer der einzelnen Granulatkörner ermöglicht.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt erfindungsgemäß durch ein Verfahren gemäß den Angaben der Patentansprüche. Dieses Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß zumindest während eines Teils der thermischen Nachbehandlung des Polyestergranulates in inerte Atmosphäre diese in Dampfform Wasser oder eine äquimolare Menge des dem Polyester zugrunde liegenden Alkandiols enthält, wobei die Wasserdampfkonzentration gleich der Wasserkonzentration plus 15%/minus 50% ist, welche bei der Polyester-Endviskosität aus den COOH-Endgruppen und überschüssigen OH-Endgruppen des Polyesters theoretisch gebildet werden könnte.

50 Überraschenderweise wurde gefunden, daß sich die Molekulargewichtsverteilung von Polyestergranulat während einer thermischen Nachbehandlung in inerte Atmosphäre in einfacher Weise durch die Zusammensetzung dieser inerten Atmosphäre beeinflussen läßt.

Unter Polyester sind hierbei Polymere aus mindestens einer Aryl- oder einer Cycloalkyldicarbonsäure, wie Terephthalsäure, Isophthalsäure, Naphthalindicarbonsäure, Biphenyldicarbonsäure oder Cyclohexandicarbonsäure, und mindestens einem Alkandiol oder Cycloalkandiol, wie Ethylenglykol, Propandiol, Butandiol, Hexandiol oder Cyclohexandimethanol, zu verstehen. Bevorzugt sind Polyethylenterephthalat und dessen niedrigmodifizierte Copolymere mit einer Intrinsic-Viskosität nach der Behandlung im Bereich von 0,55 bis 1,20 dl/g.

Die thermische Behandlung von Polyester wird begleitet von einer Polykondensation und der Abspaltung niedermolekularer, bei Behandlungstemperatur gasförmiger Produkte, wie Wasser und im Fall von Polyethylenterephthalat Ethylenglykol und Acetaldehyd. Die Polykondensationsgeschwindigkeit und die Abspaltgeschwindigkeit werden von der Temperatur, der Konzentration an reaktiven Gruppen, der Geschwindigkeit der Chemisorption und Diffusion und den Rückreaktionen, wie Hydrolyse und Alkoholyse durch Spaltprodukte, bestimmt. Bei bekannten Verfahren sind, aufgrund des Konzentrationsgefälles an niedermolekularen Spaltprodukten zwischen der inerten Atmosphäre und dem Kern der einzelnen Granulatkörner, die Chemisorption und die Diffusion sowie die Rückreaktionen im Mantelbereich der Granulatkörner wesentlich stärker ausgeprägt als im Kernbereich. Entsprechend nimmt das Molekulargewicht des behandelten Polyesters vom Kern zum Mantel der einzelnen Granulatkörner hin deutlich zu, zum Beispiel bei einer durchschnittlichen Intrinsic-Viskosität von 1,010 dl/g von 0,881 dl/g im Kern bis zu 1,218 dl/g an der Granulatoberfläche.

Es galt somit, das Konzentrationsgefälle zwischen inerter Atmosphäre und Polyestergranulat zu minimieren, ohne dabei die erwünschte Polykondensation, Entaldehydisierung und/oder Trocknung des Polyesters negativ zu beeinflussen. Die sich hierbei ergebenden Schwierigkeiten liegen in den von Fall zu Fall unterschiedlichen Mengen an niedermolekularen Spaltprodukten und in der eingangs erwähnten negativen Wirkung von mehr als etwa 250 ppm Wasser bzw. 10 ppm Ethylenglykol im Inertgas (US-Patent 4 064 112).

Überraschend wurde gefunden, daß ohne Auftreten unerwünschter Nebenwirkungen, die Differenz der Molekulargewichte zwischen Kern und Mantel der Granulatkörner gegen Null tendiert, wenn die inerte Atmosphäre Wasser-Dampf in einer Konzentration, die in etwa gleich der bei der Polyester-Endviskosität aus den COOH-Endgruppen und überschüssigen OH-Endgruppen des Polyesters theoretisch bildbaren Wasserkonzentration ist, enthält. Unter Berücksichtigung der Meß- und Regelgenauigkeit muß die Wasserdampfkonzentration in der inerten Atmosphäre gleich der theoretischen Wasserkonzentration plus 15%/minus 50%, bevorzugt plus 0%/minus 35%, sein. Anstelle des Wassers oder eines Teils des Wassers kann die inerte Atmosphäre, ohne Nachteil, auch die dem Wasser äquimolare Menge des dem Polyester zugrunde liegenden Alkandiol, bei Polyethylenterephthalat also Ethylenglykol, enthalten. Das Wasser und/oder das Alkandiol können der inerten Atmosphäre zugesetzt werden oder ganz oder teilweise aus den in dem Prozeßgas einer vorangehenden thermischen Behandlung von Polyester enthaltenen Spaltprodukten bestehen; wesentlich ist nur die Menge.

Die theoretische Wasserkonzentration errechnet sich aus der COOH-Endgruppenkonzentration des Polyesters nach der thermischen Behandlung, in meq/kg multipliziert mit dem Molekulargewicht des Wassers. Bei Polyestern ohne spezielle Endgruppen-Modifikation ist die COOH-Endgruppenkonzentration von der Intrinsic-Viskosität des Polyesters und in gewissem Umfang von dem Herstellungsverfahren abhängig, wobei die OH-Endgruppenkonzentration in jedem Fall um ein Mehrfaches höher ist. Typische Werte für nach modernen Verfahren hergestelltes Polyethylenterephthalat (PET) sind in Tabelle 1 aufgeführt. Des weiteren enthält die Tabelle die hieraus errechneten Wasserkonzentrationen und den entsprechenden Taupunkt des Prozeßgases.

Tabelle 1

Thermisch behandeltes PET			Prozeßgas	
I.V. [dl/g]	COOH [meq/kg]	theor. Wasserkonz. [Gew. -ppm]	Wasser- konz. [Gew. -ppm]	Taupunkt [°C]
0,53	30	540	270 - 621	(-28,9) - (-20,7)
0,64	25	450	225 - 518	(-30,7) - (-22,3)
0,70	22	396	198 - 455	(-31,9) - (-23,7)
0,86	16	288	144 - 331	(-35,0) - (-26,9)
1,00	12	216	108 - 248	(-37,5) - (-29,7)
1,10	10	180	90 - 207	(-38,2) - (-31,4)
1,20	8	144	72 - 166	(-40,9) - (-33,7)

Die tatsächliche COOH-Endgruppenkonzentration des Polyesters nach der thermischen Behandlung wird in einem Vorversuch mit einer inerten Atmosphäre, deren Taupunkt dem der Tabelle 1 bei der gewünschten End-Intrinsic-Viskosität (I.V.) entspricht, und ansonsten unter den gleichen Bedingungen, wie die eigentliche thermische Nachbehandlung des Polyesters, ermittelt. Bei dem Vorversuch können anstelle der in Tabelle 1 angeführten Werte auch andere Erfahrungswerte angewandt werden, insbesondere bei anderen Polyestern und/oder speziellen Herstellungsverfahren.

Die Behandlung mit Wasser- oder Alkandiol-enthaltender Atmosphäre muß mindestens solange fortgeführt werden, bis die Differenz der Intrinsic-Viskositäten zwischen Mantel- und Kernpolymer weniger als 20%, vorzugsweise weniger als 10%, bezogen auf die durchschnittliche Intrinsic-Viskosität des Polymers, beträgt. Je nach Polyester sind hierfür mindestens 0,5—5 h erforderlich. Die maximale Behandlungsdauer ist unkritisch und ist zweckmäßigerweise gleich der Dauer der thermischen Nachbehandlung.

Die thermische Nachbehandlung, bei der das erfindungsgemäße Verfahren genutzt wird, ist eine Festphasenpolykondensation, eine Entaldehydisierung, eine Trocknung und/oder eine thermische Konditionierung. Bei mehrstufigen Verfahren kann die Erfindung bei sämtlichen Stufen angewandt werden oder auf eine der Verfahrensstufen beschränkt werden. So kann zum Beispiel die Festphasenpolykondensation in einer inerten Atmosphäre mit einer den COOH-Endgruppen entsprechenden Wasserkonzentration ausgeführt werden, während eine nachfolgende, für die Weiterverarbeitung notwendige Trocknung in herkömmlicher Weise mit getrockneten Inertgas erfolgt. Bemerkenswerterweise ist es sogar möglich eine durch konventionelle Festphasenpolykondensation erhaltene breite Molekulargewichtsverteilung durch eine nachträgliche erfindungsgemäße Trock-

nung oder thermische Konditionierung des Polyesters in eine enge Molekulargewichtsverteilung zu überführen. Der Ausgleich der Molekulargewichte zwischen Kern- und Mantelpolymer beruht in diesem Fall vermutlich überwiegend auf der hydrolytischen Spaltung der höhermolekularen Mantelpolymere. Bevorzugte Anwendungsgebiete sind die Festphasenpolykondensation von Polyethylenterephthalat für Reifencord und die Ental-

dehydrierung von Polyethylenterephthalat für hochfeste Lebensmittel-Verpackungsfolien.  
Mit Ausnahme der erfindungsgemäß zuzudosierenden Menge Wasser oder Alkandiol erfolgt die Ausführung der thermischen Nachbehandlung in bekannter Weise, wie beispielsweise in den US-Patenten 4 064 112, 4 263 425, 5 292 865 oder 5 362 844 angegeben. Als inerte Atmosphäre findet Stickstoff, Kohlendioxid, Luft oder Gemische hiervon Verwendung, wobei unter geringem Überdruck, Normaldruck oder Vakuum, generell unter einem Absolutdruck im Bereich von 10 mbar bis etwa 1,5 bar gearbeitet wird.

Die hier angeführten Polyester-Kennwerte wurden, wie folgt, ermittelt:

#### Durchschnittliche Intrinsic-Viskosität (I.V.)

125 mg Polyester werden in 25 ml eines Gemisches aus Phenol und 1,2-Dichlorbenzol (3 : 2) gelöst und die Viskosität dieser Lösung bei 25°C nach Ubbelohde bestimmt. Aus der so erhaltenen relativen Viskosität wird die Intrinsic-Viskosität nach Billmeyer berechnet.

#### Differenz der I.V. zwischen Mantel- und Kernpolymer

Etwa 50 g Polyestergranulat werden in ein zylindrisches Gefäß (Durchmesser 60 mm) mit axialem Reibzylinder (Durchmesser 20 mm, 100 Umdrehungen/min) gegeben und die Granulatkörner bei 20°C Schicht für Schicht abgetragen. In regelmäßigen Zeitabständen wird der Abrieb abgetrennt, gewogen und seine Intrinsic-Viskosität bestimmt. Die Intrinsic-Viskositäten werden in Funktion des jeweiligen Restgewichtes des Granulates graphisch dargestellt und aus der Kurve die Intrinsic-Viskosität für 0% und 100% Abrieb ermittelt. Angegeben wird die Differenz beider Werte. Die Methode arbeitet reproduzierbar, wenn der Polyester in kristalliner Form vorliegt.

#### COOH-Endgruppen

Der Polyester wird unter Erwärmen in einem Gemisch aus o-Kresol und Chloroform (70 : 30 Gew.-Teile) gelöst und der Gehalt an COOH-Gruppen mit 0,05 n ethanolischer Kalilauge gegen Bromthymolblau photometrisch bestimmt.

#### Doppelbrechung der Fasern ( $\Delta n$ )

Die Bestimmung erfolgt mittels Polarisationsmikroskop mit Kippkompensator und Grünfilter (540 nm) unter Verwendung von Keilschnitten. Gemessen wird der Gangunterschied zwischen ordentlichem und außerordentlichem Strahl beim Durchtritt von linear polarisiertem Licht durch die Filamente. Die Doppelbrechung ist der Quotient aus dem Gangunterschied und dem Filament-Durchmesser.

#### Festigkeit der Fasern

Die Bestimmung erfolgt an Cordfäden, denen ein Drall von 50 T/m aufgebracht wurde, an einer Prüflänge von 250 mm mit einer Abzugsgeschwindigkeit von 200 mm/min.

#### Beispiel 1 (Vergleichsbeispiel)

Ein Polyethylenterephthalat-Granulat mit folgenden Eigenschaften

Intrinsic-Viskosität	0,611 dl/g
Diethylenglykolgehalt	0,91 Gew.-%
COOH-Endgruppen	33 meq/kg
Antimongehalt	215 ppm
Dichte	1,3385 g/cm <sup>3</sup>
Granulatgewicht	3,106 g/100 Körner

wurde unter Stickstoff in einem Wirbelbettkristallisator bei einer Gastemperatur von 180°C und der sich dabei einstellenden Granulattemperatur von 175°C über eine Dauer von 20 min kristallisiert. Anschließend wurde in einem mechanisch gerührten Kristallisator die Nachkristallisation bei einer Öltemperatur des Gerätes von 235°C und einer sich am Ende des Kristallisators einstellenden Granulattemperatur von 232°C bei einer mittleren Verweilzeit von 60 min durchgeführt.

Das aus dem Kristallisator austretende Granulat wurde anschließend bei einer Granulattemperatur von 220°C, einem Gas/PET-Verhältnis 1 : 1 unter Stickstoff, der einen Taupunkt von -85°C (entspricht 0,2 ppm H<sub>2</sub>O) aufwies, während einer Zeit von 12 Stunden polykondensiert. Es wurde ein Polyester erhalten, der eine durchschnittliche I.V. von 1,020 dl/g aufwies, wobei die Differenz der I.V. zwischen Mantel und Kern 0,340 dl/g und die COOH-Endgruppenkonzentration 18 meq/kg betrug.

Bei der Verspinnung dieses Polyesters zu Reifencord war zu beobachten, daß im Spinnfaden bei einer

Spinnengeschwindigkeit von 500 m/min eine Doppelbrechung  $\Delta n$  von  $6 \cdot 10^{-2}$  auftrat und die Verstreckung bei einem Streckverhältnis von 1 : 5,4 begrenzt war, was einer Festigkeit von 76 cN/tex entspricht.

#### Beispiel 2

Das gleiche Polyethylenterephthalat-Granulat wie in Beispiel 1 wurde, wie in Beispiel 1 beschrieben, vor- und nachkristallisiert. Anschließend sollte das Granulat bis zu einer Intrinsic-Viskosität von etwa 1,00 dl/g polykondensiert werden. Eine End-Viskosität von 1,00 dl/g entspricht gemäß Tabelle 1 einem Polyester mit 12 meq/kg COOH-Endgruppen, woraus sich eine theoretische Wasserkonzentration von 216 Gew.-ppm errechnet.

Die Polykondensation des Granulates erfolgte in gleicher Weise wie im Beispiel 1, der Taupunkt des Stickstoffes wurde jedoch im Vorversuch auf  $-35^{\circ}\text{C}$ , entsprechend 144 Gew.-ppm Wasser, oder theoretische Wasserkonzentration minus 33,3% eingestellt. Nach einer Polykondensationsdauer von 15 Stunden resultierte ein PET-Granulat mit einer durchschnittlichen I.V. von 0,950 dl/g und 11,8 meq/kg COOH-Endgruppen. Dies entspricht einer theoretischen Wasserkonzentration von 212,4 Gew.-ppm. Die Polykondensation wurde daher in gleicher Weise wie im Vorversuch mit Stickstoff mit einem Taupunkt von  $-35^{\circ}\text{C}$  fortgeführt. Die Differenz der Intrinsic-Viskositäten zwischen Mantel- und Kernpolymer des so nachkondensierten PET-Granulates betrug 0,075 dl/g. Das sind 22% der beim Vergleichsversuch erhaltenen I.V.-Differenz.

Das Polyestergranulat wurde anschließend unter den gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 zu Reifencord versponnen. Hierbei konnte ein Streckverhältnis von 1 : 6,2 eingestellt werden. Die Doppelbrechung  $\Delta n$  im Spinn garn betrug  $2,5 \cdot 10^{-2}$ , und es wurde eine Festigkeit von 82,3 cN/tex bei gutem Lauf der Spinnerei erreicht.

#### Beispiel 3

Ein Teil des in Beispiel 1 erhaltenen Polyethylenterephthalat-Granulates mit einer I.V. von 1,020 dl/g, einer I.V.-Differenz von 0,340 dl/g und einer COOH-Endgruppenkonzentration von 18 meq/kg wurde im Anschluß an die im Beispiel 1 beschriebene Festphasenkondensation über einen weiteren Zeitraum von 2 Stunden bei  $225^{\circ}\text{C}$  in Stickstoff mit einem Taupunkt von  $-31^{\circ}\text{C}$  aufbewahrt. Das so konditionierte Polyestergranulat hat eine I.V. von 0,970 dl/g, eine I.V.-Differenz von nur noch 0,062 dl/g und eine COOH-Endgruppen-Konzentration von 20 meq/kg. Es läßt sich bei einem Streckverhältnis von 1 : 5,82 gleich gut verspinnen, wie das von Beispiel 2.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbesserung der Streckfähigkeit von in fester Phase in inerter Atmosphäre thermisch nachbehandeltem Polyestergranulat, **dadurch gekennzeichnet**, daß zumindest während eines Teils der thermischen Nachbehandlung die inerte Atmosphäre in Dampfform Wasser oder eine äquimolare Menge des dem Polyester zugrunde liegenden Alkandiols enthält, wobei die Wasserdampfkonzentration gleich der Wasserkonzentration plus 15%/minus 50% ist, welche bei der Polyester-Endviskosität aus den COOH-Endgruppen und überschüssigen OH-Endgruppen des Polyesters theoretisch gebildet werden könnte.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Teil der thermischen Nachbehandlung mit Wasser- oder Alkandiol-enthaltender Atmosphäre mindestens solange fortgeführt wird, bis die Differenz der Intrinsic-Viskositäten zwischen Mantel- und Kernpolymer weniger als 20%, bezogen auf die durchschnittliche Intrinsic-Viskosität des Polyestergranulates, beträgt, wobei die Messung der Intrinsic-Viskositäten gemäß Beschreibung erfolgt.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Teil der thermischen Nachbehandlung mit Wasser- oder Alkandiol-enthaltender Atmosphäre eine Festphasenkondensation oder eine darauffolgende Trocknung oder Konditionierung ist.
4. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die inerte Atmosphäre Stickstoff, Kohlendioxid, Luft oder ein Gemisch dieser Gase ist und unter einem Absolutdruck im Bereich von 10 mbar bis etwa 1,5 bar steht.
5. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die inerte Atmosphäre Wasserdampf enthält.
6. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß der Polyester Polyethylenterephthalat ist.

- Leerseite -